

本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 4月 3日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-100418

出 願 人

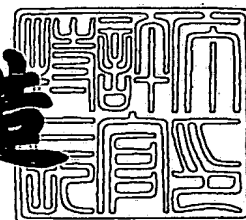
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2000年 9月 8日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3072007

【書類名】 特許願

【整理番号】 P111049

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 37/012

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 群馬事業所内

【氏名】 中島 康博

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 平沢 秀夫

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100062823

【弁理士】

【氏名又は名称】 山本 亮一

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100093735

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒井 鐘司

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100105429

【弁理士】

【氏名又は名称】 河野 尚孝

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100108143

【弁理士】

【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【電話番号】 03-3270-0858

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006161

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバ用ガラス母材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理工程において、焼結処理を行う炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始することを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 2】 前記炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始するに際し、該所定の時間（経過時間） $T$ が次式

$$T \geq \pi (R^2 L - r^2 l) / 4 Q$$

[ $R$  : 炉芯管の内径 (m)、 $L$  : 炉芯管の長さ (m)、 $r$  : 多孔質ガラス母材直胴部の外径 (m)、 $l$  : 直胴部の長さ (m)、 $Q$  : 炉芯管の容積 (m<sup>3</sup>) ]

を満足する請求項 1 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 3】 多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理工程において、焼結処理を行う炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、炉芯管内に処理ガスを供給し所定の時間保持して、炉内ガスが十分処理ガスに置換された後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始することを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理に係り、特に、長手方向に一様な特性を有する光ファイバ用ガラス母材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、多孔質ガラス母材を、焼結装置を用いて脱水・焼結、透明ガラス化処理する場合、一般に、多孔質ガラス母材をHe雰囲気中で加熱して、残留するガスを

He で置換した後に透明ガラス化処理する方法が採用されている。例えば、特開昭 6 4 - 7 2 9 3 6 号公報は、多孔質ガラス母材中に残留ガスが存在した状態で焼結すると、気泡が発生する原因となるが、残留ガスを十分な時間をかけて He で置換することにより、気泡の発生が抑制されることを記載している。しかしながら、この方法で得られる光ファイバ用ガラス母材は、脱水・焼結工程時に、多孔質ガラス母材の焼結スタート側に未反応部分がみられ、処理むらとなって現れることがあった。

#### 【 0 0 0 3 】

特に、光ファイバ用ガラス母材は、近年、ますます大型化、長尺化される傾向にあるが、これに伴い、処理ガス、例えば塩素ガスを用いて脱水・焼結を行う場合、塩素ガスが多孔質ガラス母材のコア部まで到達するのに、かなり時間を要するという問題があった。

#### 【 0 0 0 4 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、処理ガスを多孔質ガラス母材のコア部まで十分に到達させることができ、効率良く脱水・焼結反応を行うことのできる、処理むらのない光ファイバ用ガラス母材の製造方法を提供することにある。

#### 【 0 0 0 5 】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、母材の大型化、長尺化にともなう上記課題に対して鋭意検討した結果、解決したものであり、すなわち、請求項 1 の発明は、多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理工程において、焼結処理を行う炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始することを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法である。

#### 【 0 0 0 6 】

請求項 2 の発明は、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始するに際し、該所定の時間（経過時間） $T$  が次式

$$T \geq \pi (R^2 L - r^2 l) / 4 Q$$

[R : 炉芯管の内径 (m)、L : 炉芯管の長さ (m)、r : 多孔質ガラス母材直胴部の外径 (m)、l : 直胴部の長さ (m)、Q : 炉芯管の容積 (m<sup>3</sup>)]

を満足するように設定するのが好ましい。

#### 【0007】

請求項3の発明は、多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理工程において、焼結処理を行う炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、炉芯管内に処理ガスを供給し所定の時間保持して、炉内ガスが十分処理ガスに置換された後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始することを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法である。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

本発明は、長尺化した多孔質ガラス母材の先端をヒートゾーン付近までもって行き、炉芯管のヒートゾーンが焼結温度に達した後、その位置で所定時間待機させることで、焼結スタート側の多孔質ガラス母材先端部の処理を予め進行させておき、多孔質ガラス母材の焼結処理を開始することで、多孔質ガラス母材の焼結スタート側における処理ムラをなくすことができる。

#### 【0009】

本発明者等は、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始するに際し、該所定の時間（経過時間）Tの好ましい数値が、炉芯管の内径、長さ、容積、および処理される多孔質ガラス母材の外径、直胴部の長さによって異なることを見出し、経過時間Tが、式； $T \geq \pi (R^2 L - r^2 l) / 4 Q$ を満足するように設定することで、焼結処理時に発生する問題を解決した。

#### 【0010】

また、焼結炉のヒートゾーンが焼結温度に達した後、この温度で所定時間保持し、焼結炉内の雰囲気ガスがArなどの処理ガスで十分置換され、処理ガスが多孔質ガラス母材のコア部まで十分に到達した後、多孔質ガラス母材のヒートゾーンへの移動を始め、焼結処理が行われる。

## 【0011】

上記焼結処理の結果、従来、焼結処理が甘くなっていた焼結のスタート側においても、処理温度に達してから十分時間をおいて多孔質ガラス母材の移動を始めるため、長さ方向にわたって処理ムラが少なくなり、特性の安定した光ファイバ用ガラス母材の製造が可能となった。

## 【0012】

## 【実施例】

## (実施例1)

図1に示す焼結装置を用いて、大型多孔質ガラス母材の焼結を行なった。

先ず、炉芯管2内に大型多孔質ガラス母材1をセットした後、炉芯管2の温度を上げ、炉芯管2のヒートゾーン3が焼結処理温度に達した後、経過時間(T)として30分待機後、多孔質ガラス母材1をヒートゾーン3に移動して焼結処理を開始し、脱水処理及び透明ガラス化処理を行った。なお、図1において、符号4は吊具、5は吸入バルブ、6は排出バルブ、7は圧力ゲージである。

得られた光ファイバ用ガラス母材について、その長手方向にわたって基準値に対する屈折率差 $\Delta n$ (%)を測定した。その結果を図2に示した。図において $\Delta$ 印を結ぶ曲線が本実施例のものである。

また、炉芯管2のヒートゾーン3が焼結温度に達した後、この温度で30分待機して炉芯管2内の雰囲気ガスをArガスで十分置換した後、多孔質ガラス母材1のヒートゾーンへ3の移動を開始し、焼結処理を行ったが、この場合も同様の結果が得られた。

## 【0013】

## (比較例1)

比較のため、実施例1と同じ装置を用いて多孔質ガラス母材の焼結を行なった。

多孔質ガラス母材を装置にセットした後、炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、多孔質ガラス母材を直ちにヒートゾーンへ移動し、焼結処理を行って光ファイバ用ガラス母材を得た。得られた光ファイバ用ガラス母材について、実施例1と同様にして屈折率差 $\Delta n$ (%)を測定し、そ

の結果を図 2 に示した。図において○印を結ぶ曲線が本比較例のものである。

【 0 0 1 4 】

図 2 から明らかなように、実施例 1 のガラス母材は、焼結スタート側で処理が甘くなることがなく、その長手方向にわたって屈折率分布が一定しており、従来のものよりもさらに優れたものとなっていた。

【 0 0 1 5 】

【発明の効果】

本発明においては、炉芯管が処理温度に達した後、所定時間待機させ、その後焼結処理を開始することで、予めヒートゾーンに近い母材先端部を処理し、その後直胴部を一定の速さで処理していくことで、処理ガスを多孔質ガラス母材のコア部まで十分に到達させることができ、長手方向での処理ムラが少なく、特性の変動の少ない母材を効率良く製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 焼結装置の概略説明図である。

【図 2】 光ファイバ用ガラス母材の長手方向における屈折率差  $\Delta n$  (%) の分布を示すグラフである。

【符号の説明】

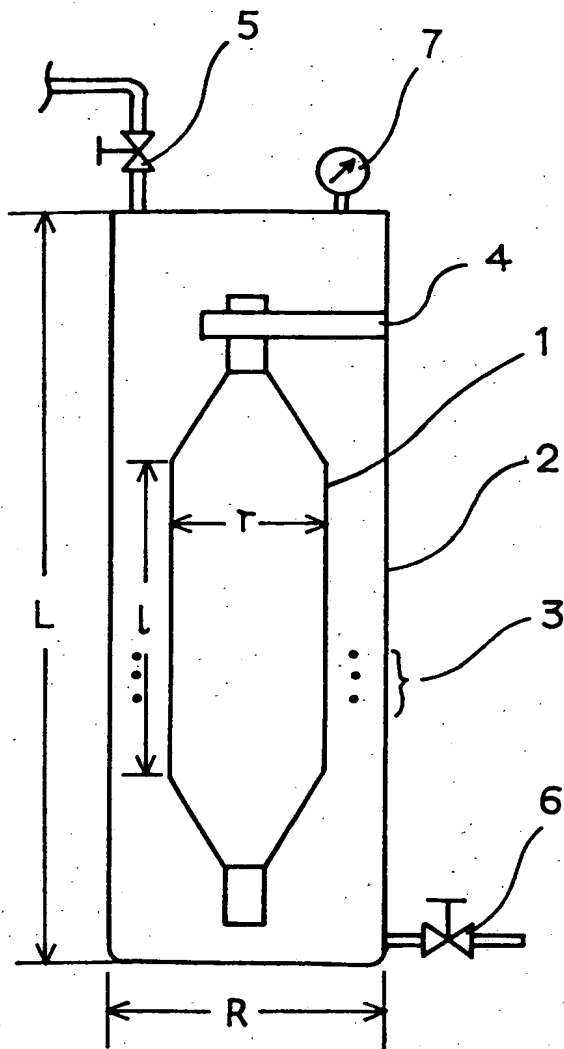
- 1 多孔質ガラス母材、
- 2 炉芯管、
- 3 ヒートゾーン、
- 4 吊具、
- 5 吸入バルブ、
- 6 排出バルブ、
- 7 圧力ゲージ。



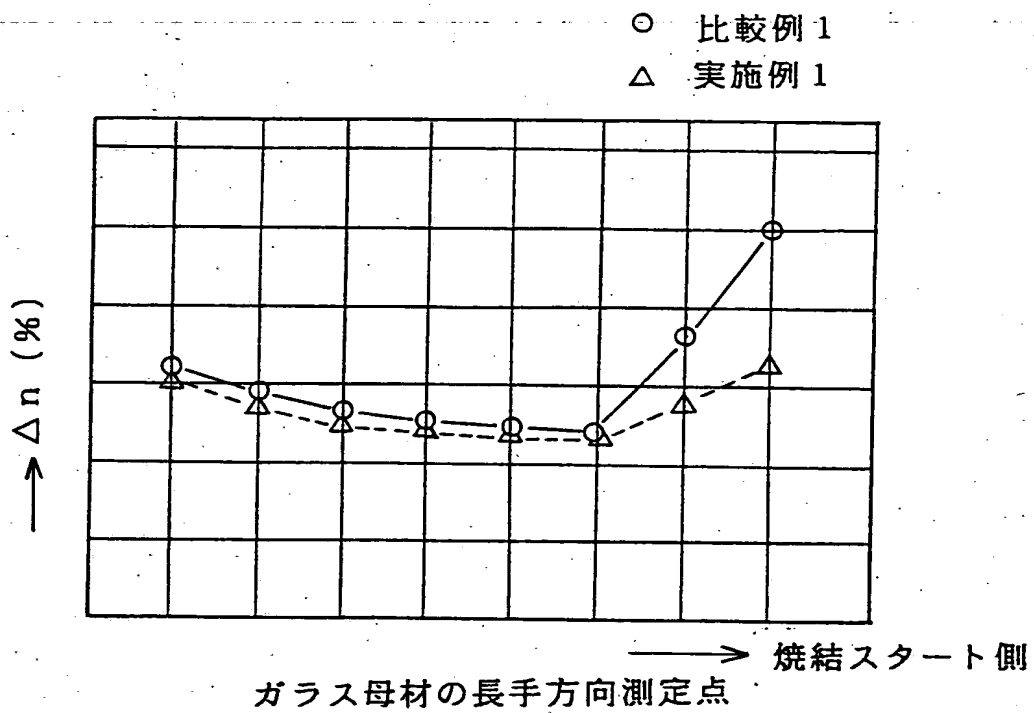
【書類名】

図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 処理ガスを多孔質ガラス母材のコア部まで十分に到達させることができ、効率良く脱水・焼結反応を行うことのできる、処理むらのない光ファイバ用ガラス母材の製造方法を提供する。

【解決手段】 多孔質ガラス母材を脱水、焼結する透明ガラス化処理工程において、焼結処理を行う炉芯管の温度を上げ、炉芯管のヒートゾーンが焼結処理温度に達した後、所定の時間経過後、多孔質ガラス母材をヒートゾーンに移動し焼結処理を開始することを特徴としている。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-100418
受付番号	50000415014
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成12年 4月 4日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年 4月 3日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社